



GE Power & Water
Water & Process Technologies

CheckPoint Pharma et CheckPoint^e

Capteur COT Portable/En Ligne

Procédure opérationnelle standard

Versions 1.04 et ultérieure du micrologiciel

Procédures d'utilisation :

- Protocoles de qualification d'installation
- Protocoles de qualification opérationnelle
- Protocoles de qualification de performance

GE Analytical Instruments
6060 Spine Road
Boulder, CO 80301-3687 USA
T +1 800 255 6964
T +1 303 444 2009
F +1 303 444 9543
geai@ge.com

Europe
Unit 3, Mercury Way
Urmston, Manchester, M41 7LY
United Kingdom
T +44 (0) 161 864 6800
F +44 (0) 161 864 6829
generaluk.instruments@ge.com

Chine
7/F, Building 1, No. 1 Hua Tuo Rd,
Seat No. 001
ZhangJiang Hi-Tech Park, Pudong
Shanghai China 201203
T +(8621) 38777735
F +(8621) 38777469
geai.china@ge.com

techsupport@geinstruments.com
www.geinstruments.com

DVL 97220-01 A
Imprimé aux États-Unis ©2010

Table des matières

Historique des révisions.....	4
Marques commerciales et brevets.....	5
Présentation des protocoles opérationnels standards de CheckPoint.....	6
Norme ISO 9001	6
Contrat de licence	7
Ordre de qualification recommandé	8
Liste de contrôle SOP pour Capteur COT CheckPoint.....	10
Protocoles de qualification d'installation	12
Protocole d'installation du capteur et logiciel pour le capteur COT CheckPoint Portable/En ligne	14
Liste de contrôle d'installation du capteur et logiciel pour le capteur COT CheckPoint Portable/En ligne.....	16
Protocole de vérification de fonctionnement sortie 4-20 mA (Facultatif)	18
Fiche technique de vérification de fonctionnement sortie 4-20 mA	20
Protocoles de qualification opérationnelle	22
Protocole d'étalonnage du débit d'échantillon.....	24
Fiche technique de l'étalonnage du débit d'échantillon	26
Protocole de vérification et d'étalonnage de conductivité	28
Fiche technique d'étalonnage de conductivité.....	30
Fiche technique de vérification de conductivité	31
Protocole de vérification et d'étalonnage de COT	32
Fiche technique d'étalonnage COT	35
Fiche technique de vérification de COT.....	36
Protocole de vérification de conformité du système (Efficacité de réponse)	37
Fiche technique de la conformité du système	39
Protocoles de qualification de performance.....	41
Protocole de vérification de linéarité	43
Fiche technique de la linéarité.....	45
Protocole de vérification de limite de détection et limite de quantification en utilisant l'extrapolation	46
Fiche technique LOD/LOQ en utilisant l'extrapolation	49
Protocole de vérification de limite de détection et limite de quantification en utilisant des mesures en ligne répétitives	50
Fiche technique de méthode répétitive LOD/LOQ	53

Historique des révisions

Version du document	Version du logiciel/de l'amélioration	Date
DVL 97100-01 Rev. A	1.00	Avril 2008
DVL 97200-01 Rev. A	1.03	Août 2008
DVL 97200-01 Rev. B	1.03	Octobre 2008
DVL 97200-02 Rev. A	1.03	Juin 2009
DVL 97200-03 Rev. A	1.04	Juillet 2010
DVL 97200-04 Rev A	Mises à jour du nom du produit	Octobre 2010

Décharge de responsabilité de la traduction

La version officielle de ce document de GE Analytical Instruments est la version anglaise DVL 97200-04 Rev A. Cette traduction est fournie par souci de commodité pour les utilisateurs. Bien que la traduction ait été réalisée avec grand soin pour assurer sa correction, GE Analytical Instruments ne garantit pas son exactitude.

Si vous possédez un glossaire ou des remarques pour notre choix de terminologie, vos suggestions s'appliqueront à toutes les traductions que nous développons.



Marques commerciales et brevets

CheckPoint* est une marque commerciale de General Electric Company et peut être déposée dans un ou plusieurs pays.

Les capteurs décrits dans ce manuel sont protégés par un ou plusieurs brevets attribués à et détenus par ou en attente de General Electric Company.

*Marque commerciale de General Electric Company ; peut être déposée dans un ou plusieurs pays.

Présentation des protocoles opérationnels standards de CheckPoint

Les protocoles opérationnels standards (SOP) de CheckPoint incluent des protocoles, des fiches techniques et d'autres informations pour permettre à l'utilisateur de facilement remplir les conditions d'utilisation des capteurs COT CheckPoint Pharma ou CheckPoint® Portable/En ligne dans leur processus. Ce kit est destinée pour essentiellement aider les clients de l'industrie pharmacologique en développant les documents et en testant pour assurer que le capteur fonctionne conformément aux spécifications et satisfait les exigences d'installation, de fonctionnement et de performance de leurs applications. Le client peut modifier ce protocole pour être conforme aux exigences spécifiques de sa société ou tout autre exigence spécifique du secteur conformément au Contrat de licence. Les composants de SOP sont répertoriés dans la Table des matières.

À travers ce document, les références à CheckPoint s'appliquent aux deux capteurs COT CheckPoint Pharma et CheckPoint® Portable/En ligne à moins que le contraire ne soit spécifié.

Norme ISO 9001

GE Analytical Instruments est enregistrée sous la norme ISO 9001. Veuillez visiter notre site Internet <http://www.geinstruments.com> pour de plus amples informations et une copie de notre certificat ISO 9001 ainsi que le numéro de fichier. Cliquez sur l'onglet **Company** et ensuite sur le lien hypertexte **ISO 9001 Certification** pour afficher la *certification ISO 9001*.

Contrat de licence

Ceci est un contrat de licence entre vous (l'utilisateur) et GE Analytical Instruments. Ce contrat octroie à l'utilisateur certains droits limités pour utiliser l'information et les documents du Kit de SOP. L'utilisateur ne devient pas le propriétaire de toutes les informations et documents dont GE Analytical Instruments conserve le titre. Tous les droits qui ne sont pas explicitement accordés dans ce contrat sont expressément réservés à GE Analytical Instruments. Si l'utilisateur n'est pas d'accord avec les termes de ce contrat, il est tenu de retourner le kit de SOP à GE Analytical Instruments dans les trois jours après réception pour un remboursement intégral.

Concession de licence : GE Analytical Instruments concède à l'utilisateur le droit d'utiliser ce kit pour l'aider à vérifier un capteur COT CheckPoint Portable/En ligne. Ce kit est associé à ce capteur et ne peut être utilisé pour un instrument supplémentaire.

L'utilisateur est autorisé à :

- Copier des listes de contrôles, des fiches techniques et des protocoles nécessaires pour que le capteur remplisse les conditions de toute application.
- Modifier tout document. La version électronique de SOP est fournie comme moyen de modifier les protocoles et fiches techniques. *Tout document ainsi modifié doit clairement stipuler le document GE Analytical Instrument utilisé comme source et indiquer que le document original a été modifié.*

L'utilisateur n'est pas autorisé à :

- Utiliser ce document pour qualifier ou vérifier tout autre instrument, indépendamment s'il s'agit d'un instrument GE ou non.
- Effectuer des copies ou des modifications sur papier ou en version électronique de la documentation excepté celle décrite précédemment.
- Eliminer ou rendre illisible toutes notes de droit d'auteur.

Ordre de qualification recommandé

1. Qualification de l'installation

- Liste de contrôle et protocole d'installation du capteur et logiciel
- (Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification de fonctionnement sortie 4-20 mA

2. Qualification opérationnelle

- Fiche technique et protocole d'étalonnage du débit
- Fiche technique et protocole de vérification / étalonnage de conductivité
- Fiche technique et protocole de vérification / étalonnage de COT
- Fiche technique et protocole de conformité du système (Efficacité de réponse)

3. Qualification des performances

- (Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification de linéarité
- Fiche technique et protocole de vérification par extrapolation de la limite de détection et la limite de quantification (nécessite exécuter le protocole de vérification de linéarité)

ou
- Fiche technique et protocole de vérification par mesures répétitives de limite de détection et limite de quantification



Liste de contrôle SOP pour Capteur COT CheckPoint

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____

Nom du protocole, liste de contrôle ou fiche technique	Résultat : Réussi/ Échec, Complet/ Incomplet ou N/A	Date	Initiales
Liste de contrôle et protocole d'installation du capteur et logiciel			
(Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification de fonctionnement sortie 4-20 mA			
Fiche technique et protocole d'étalonnage du débit			
(Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification / étalonnage de conductivité			
Fiche technique et protocole de vérification / étalonnage de COT			
Fiche technique et protocole de conformité du système (Efficacité de réponse)			
(Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification de linéarité			
Fiche technique et protocole d'extrapolation LOD et LOQ (nécessite exécuter le protocole de vérification de linéarité)			
ou			
Fiche technique et protocole de mesures répétitives LOD et LOQ			

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____





Protocoles de qualification d'installation

- Liste de contrôle et protocole d'installation du capteur et logiciel
- (Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification de fonctionnement sortie 4-20 mA



Protocole d'installation du capteur et logiciel pour le capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

1. Objectif : Vérifier l'installation du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

2. Compétence : Ce protocole est destiné à documenter l'installation du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne, pour des raisons de vérification. Une liste de contrôle est fournie pour aider à l'installation. Les instructions et illustrations spécifiques d'installation sont détaillées dans le *Manuel d'utilisation* du capteur.

3. Pièces :

3.1 Carton d'expédition et contenu du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 **Liste de contrôle d'installation du capteur et logiciel pour capteur COT CheckPoint Portable/En ligne (voir page 17)**

3.3 *Manuel d'utilisation* du capteur

3.4 Kit SOP CheckPoint Pharma et CheckPoint®

4. Définitions : Aucune

5. Procédures :

5.1 Déballez le carton d'expédition et vérifiez que tous les éléments ont été reçus. Saisissez Yes (Oui), No (Non), ou NA (Non Applicable) et les initiales et la date dans la colonne correspondante de la **Liste de contrôle de l'installation**.

5.1.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

5.1.2 *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.1.3 Protocoles opérationnels standards de CheckPoint

5.1.4 Certificat d'étalonnage.

5.1.5 Accessoires. Vérifiez la liste du contenu décrite dans le chapitre « Installation » du *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.1.6 (Facultatif) Kit d'échantillonnage en flacon

5.1.7 (Facultatif) Batterie et chargeur.

5.1.8 (Facultatif) Kit d'échantillonnage à basse pression.

5.1.9 (Facultatif) Filtre en ligne de l'échantillon.

5.2 Sur la fiche technique, enregistrez le numéro de série du capteur (qui se trouve sur le côté gauche du capteur) et la date de réception. Si vous avez imprimé le *Manuel d'utilisation* du capteur, complétez la section « Dossier d'identification » à la page 2.



5.3 Confirmez que le site de l'installation est conforme aux exigences environnementales du capteur. Si vous allez monter le capteur, installez le support de montage, comme décrit dans le chapitre « Installation » du *Manuel d'utilisation* du capteur dans la section appelée « Étape 1 : Installation du support. »

5.4 Installation de l'alimentation en option.

5.4.1 Le capteur peut être utilisé avec une batterie, un cordon d'alimentation ou un conduit d'alimentation. Connectez l'alimentation en option, comme décrit dans la section appelée « Étape 2 : Installation de l'alimentation en option » dans le *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.5 Installation du câblage E/S et du réseau (facultatif)

5.5.1 Si vous allez connecter CheckPoint à votre réseau ou directement à un ordinateur, connectez un câble Ethernet, comme décrit dans la section appelée « Étape 3 : « Installation du câblage E/S » dans le *Manuel d'utilisateur* du capteur.


5.5.2 Si le capteur est configuré avec une carte E/S, connectez des sorties 4-20 mA, une entrée binaire, et un câble d'alarme comme décrit dans la section appelée « Étape 3 : « Installation du câblage E/S » dans le *Manuel d'utilisateur* du capteur.


5.6 Relier l'entrée d'échantillon et la sortie d'évacuation des rejets. Suivez les instructions du chapitre « Installation » du *Manuel d'utilisateur* dans la section appelée « Étape 4: Installation de l'entrée d'échantillon et de la sortie d'évacuation des déchets. »


5.7 Activez le débit d'eau d'échantillon vers le capteur.


5.8 Mettez le capteur sous tension.

5.9 Réglez la date et l'heure.

5.9.1 Appuyez sur le bouton  et appuyez sur **F3** pour sélectionner l'écran **Setup** (Configurer).


5.9.2 Utilisez la barre de défilement pour mettre en surbrillance **Clock** (Horloge) et appuyez sur le bouton .

5.9.3 Appuyez sur **F1** et utilisez les boutons de défilement pour spécifier la date. Appuyez sur  pour régler la date.

5.9.4 Appuyez sur **F2** et utilisez les boutons de défilement pour spécifier l'heure. Appuyez sur  pour régler la l'heure.

5.9.5 Appuyez sur **F4** pour retourner à l'écran précédent.

5. 10 Enregistrez le numéro de version du micrologiciel.

5. 10.1 Appuyez sur le bouton  jusqu'à ce que l'écran **System Info** apparaisse.

5. 10.2 Le champ **Ver** indique le numéro de version du logiciel. Enregistrez ce numéro dans le champ dans la partie supérieure de la fiche technique.

5. 11 Rincez le capteur. Appuyez sur le bouton  et laissez fonctionner le capteur pendant 6 heures.

Liste de contrôle d'installation du capteur et logiciel pour le capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de réception _____

N° étape protocole	Description	Oui/Non ou N/A Initiales et date
5.1.1	Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne reçu	
5.1.2	CD-ROM Manuel d'utilisation du capteur reçu	
5.1.3	Protocoles opérationnels standards de CheckPoint reçu	
5.1.4	Certificat d'étalonnage reçu	
5.1.5	(Facultatif) Tous les accessoires reçus	
5.2	Numéro de série et date de réception du capteur enregistrés sur la fiche technique	
5.3	Le site d'installation satisfait les exigences environnementales du capteur et le capteur monté (facultatif)	
5.4.1	Source d'alimentation installée.	
5.5.1	(Facultatif) Câble Ethernet connecté	
5.5.2	(Facultatif) sorties 4-20 mA, entrée binaire, et alarmes connectées	
5.6	Entrée échantillon et sortie évacuation des rejets	
5.7	Débit d'eau d'échantillon au capteur activé	
5.8	Capteur allumé	
5.9	Date et heure réglées	
5.10	Numéro de version du micrologiciel enregistré sur la fiche technique	



N° étape protocole	Description	Oui/Non ou N/A Initiales et date
5.11	Capteur rincé pendant 6 heures	

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Protocole de vérification de fonctionnement sortie 4-20 mA (Facultatif)

1. Objectif : Vérifier le fonctionnement des sorties 4-20mA du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

2. Compétence : Ce protocole s'applique aux capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne équipés avec la carte E/S facultative. Ce protocole suppose une certaine familiarité avec la fonctionnalité des sorties 4-20mA et les outils supplémentaires, comme le multimètre digital. Notez que l'exactitude du multimètre peut affecter les résultats de ce protocole. Ce protocole est une partie facultative de la vérification de fonctionnement du capteur.

3. Pièces :

3.1 **Fiche technique de vérification de sortie 4-20mA** (voir page 21)

3.2 Multimètre numérique, ou autre dispositif capable de mesure le courant de 0 à 20 mA.

4. Définitions : Aucune

5. Procédure :

5.1 Mettez le capteur hors tension.

5.2 Desserrez la vis à serrage à main pour retirer la carte E/S.

5.3 Connectez le câblage d'une sortie 4-20 mA au multimètre numérique. Pour plus d'instructions sur la connexion de câblage aux sorties 4-20 mA, consultez le chapitre « Installation » du *Manuel d'utilisation* du capteur. Introduisez les câbles du multimètre dans l'orifice de passage sur le cache E/S, de manière que le cache puisse être fermé pendant la procédure.



5.4 Remettez le capteur sous tension.

5.5 Appuyez sur le bouton .


5.6 Confirmez que la sortie numérique est activée.

5.6.1 Appuyez sur **F2** pour sélectionner l'écran **I/O** (E/S).



5.6.2 Utilisez le bouton  pour mettre en surbrillance **Analog outputs** (sorties analogiques) et appuyez sur le bouton .

5.6.3 Selon quelle sortie vous avez câblé au point 5.3, appuyez sur **F1** pour sélectionner la sortie numérique 1, appuyez sur **F2** pour sélectionner la sortie numérique 2, ou appuyez sur **F3** pour sélectionner la sortie numérique 3.



5.6.4 Appuyez sur le bouton  pour activer (On) et désactiver (Off) la sortie numérique. Assurez-vous que la sortie numérique est réglée sur ON.

5.7 Appuyez sur  et sur **F4** pour sélectionner l'écran **Maintenance**.



5.8 Appuyez sur **F1** pour sélectionner l'écran **Diagnostics**.



5.9 Utilisez le bouton  pour mettre en surbrillance **4-20 mA outputs** (sorties 4-20 mA) et appuyez sur le bouton .

5.10 Selon quelle sortie vous avez câblé au point 5.3, appuyez sur **F1** pour tester la sortie numérique 1, appuyez sur **F2** pour tester la sortie numérique 2, ou appuyez sur **F3** pour tester la sortie numérique 3.

5.11 Appuyez sur **F1** pour démarrer une sortie.

5.12 Changez la valeur entre 4 ou 20 mA en appuyant sur le bouton **F1**.

5.13 Le capteur enverra le courant à la sortie numérique et le multimètre indiquera la lecture.

5.14 Critères d'acceptation : la différence entre la lecture du multimètre et la valeur sélectionnée dans l'étape 5.12 doit être $\pm 3\%$.

5.15 Appuyez sur **F4** trois fois et sur le bouton  plusieurs fois jusqu'à ce que vous retourniez à votre écran principal.

5.16 Consultez le chapitre « Fonctionnement de base et options du menu » du *Manuel d'utilisation* du capteur pour configurer vos options du menu.



Fiche technique de verification de fonctionnement sortie 4-20 mA

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____

Sortie numérique utilisée (1, 2, ou 3) _____

Courant sélectionné (4 ou 20 mA) _____

Courant affiché par le multimètre _____

Différence en % entre courant attendu et mesuré _____

Critères d'acceptation : Différence en % $\pm 3\%$ ____ Réussi ____ Échec

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____





Protocoles de qualification opérationnelle

- Fiche technique et protocole d'étalonnage du débit
- Fiche technique et protocole de vérification / étalonnage de conductivité
- Fiche technique et protocole de vérification / étalonnage de COT
- Fiche technique et protocole de conformité du système (Efficacité de réponse)



Protocole d'étalonnage du débit d'échantillon

1. Objectif : Étalonner et ensuite vérifier le débit d'échantillon dans le capteur COT CheckPoint Portable/En ligne.

2. Compétence : Ce protocole s'applique aux capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne. Ce protocole est une partie facultative de la vérification de fonctionnement du capteur. Le débit doit être calibré lors du remplacement de la tête de la pompe. Cette procédure suppose que CheckPoint est installé sur un système d'eau pressurisé.


3. Pièces :


3.1 **Fiche technique d'étalonnage du débit**

3.2 Composant du kit d'étalonnage de débit du kit d'accessoires du capteur (tuyau et éprouvette graduée 10 mL)

4. Définitions : Aucune

5. Procédure :

5.1 Si le capteur relève des mesures, appuyez sur le bouton  et sur **F1**.

5.2 Fixez un lecteur de mémoire flash USB au port USB du capteur et ensuite appuyez sur le bouton  pour sauvegarder les configurations du système actuel, au cas où il serait nécessaire de les recharger ou de s'y reporter dans le futur.

5.3 Coupez la ligne d'alimentation de l'échantillon. Débranchez le tuyau de l'orifice **Waste** (évacuation) du capteur. Si le capteur a un port **Bypass** (Dérivation), connectez une prise au port **Bypass**. (Enlevez tout autre tuyau et raccord de la ligne d'évacuation.)

5.4 Reliez l'extrémité courte du tuyau d'évacuation fourni avec le kit d'accessoires à l'orifice **Waste** (évacuation).

5.5 Introduisez l'autre extrémité du tuyau dans l'éprouvette graduée 10 mL fourni avec le kit d'accessoires.

5.6 Appuyez sur le bouton .

5.7 Appuyez sur **F1** pour sélectionner l'écran **Mode**.

5.8 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **Calibration** (Étalonnage).

5.9 Appuyez sur **F3** pour sélectionner **Flow Rate** (Débit).

5.10 Confirmez que le capteur est connecté à une source d'eau et appuyez sur **F1** pour préparer le capteur à l'étalonnage du débit. Le capteur remplit le tuyau de pompe avec de l'eau pendant environ 20 secondes. Videz toute l'eau qui a été recueillie dans l'éprouvette graduée avant de procéder.

Si la ligne d'évacuation n'est pas remplie dans le temps alloué, appuyez sur **F4** pour annuler. Répétez à partir de l'étape 5.9 jusqu'à ce que la trajectoire du fluide soit remplie.

5.11 Appuyez sur **F1** pour démarrer le processus d'étalonnage de débit. Elle va fonctionner à une vitesse deux fois supérieure à la normale pendant 5 minutes.



5.12 Après 5 minutes, mesurez le volume d'eau dans l'éprouvette graduée au 0,1 mL près. Il doit être près de 5 mL. Entrez ce volume comme demandé par le capteur et enregistrez-le aussi sur la ligne 2 de la fiche technique. Appuyez sur **F1** pour appliquer temporairement les nouveaux réglages.

5.13 Pour vérifier le nouvel étalonnage du débit, videz l'éprouvette graduée et remettez le tuyau de vidange d'étalonnage dans le cylindre. Appuyez sur **F1** pour continuer. Le capteur pompe à nouveau de l'eau pendant 5 minutes.

5.14 Après 5 minutes, mesurez le volume d'eau dans l'éprouvette graduée au 0,1 mL près. Enregistrez le volume sur la ligne 3 de la fiche technique.

5.15 Appliquez l'étalonnage si les critères d'acceptation suivants sont satisfaits :

Critères d'acceptation : Le volume recueilli pendant le deuxième test de 5 minutes se trouve entre 4,8 et 5,2 mL.

Si cette condition est satisfaite, appuyez sur **F1** pour appliquer le nouvel étalonnage du débit et continuer.

Si cette condition n'est pas satisfaite, vous devrez réaliser à nouveau la procédure d'étalonnage du débit d'échantillon. Commencez toutefois par vérifier que la tubulure d'échantillon a été installée correctement. Recherchez également les éventuelles fuites à l'intérieur du capteur et corrigez le problème. Consultez le chapitre "Dépannage" du *Manuel d'utilisation* du capteur pour déterminer s'il présente un autre problème.

5.16 Une fois le calibrage du débit terminé, débranchez le tuyau de l'orifice d'évacuation et rebranchez le tuyau d'évacuation standard et les lignes de dérivation.



Fiche technique de l'étalonnage du débit d'échantillon

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____

Tête de pompe échantillon remplacée avant étalonnage débit échantillon (O/N): _____ (Ligne 1)

Volume recueilli pendant la première période de 5 minutes : _____ (Ligne 2)

Volume recueilli pendant la deuxième période de 5 minutes : _____ (Ligne 3)

Critères d'acceptation d'étalonnage de débit :

- Le volume recueilli pendant le deuxième test de 5 minutes se trouve entre 4,8 et 5,2 mL

Action d'étalonnage : ___Appliqué ___Annulé

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____



Protocole de vérification et d'étalonnage de conductivité

1. Objectif : Réaliser l'étalonnage de conductivité du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

2. Compétence : Ce protocole s'applique à tous les capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne. Notez qu'un kit d'échantillonnage en flacon est nécessaire pour réaliser ce protocole.

Le calibrage de la conductivité doit être effectué après le remplacement de la tête de la pompe si le capteur est utilisé pour réaliser des mesures de conductivité ou de résistivité. L'étalonnage de conductivité n'est pas nécessaire pour les applications de niveau bas où les valeurs de conductivité ou de résistivité ne sont pas utilisées.

Les solutions du standard doivent être acquises directement auprès de GE Analytical Instruments. L'analyste qui réalise ce protocole doit être familiarisé avec la terminologie et le fonctionnement du capteur.

Remarque : CheckPoint rapporte les valeurs de conductivité corrigée par la température lors de l'exécution de ce protocole, quelle que soit la configuration des unités de mesure dans le menu **Setup** (Configurer).

3. Pièces :

3.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 Kit d'échantillonnage en flacon

3.3 **Fiche technique d'étalonnage de conductivité (voir page 21)**

3.4 Les étalons d'étalonnage de conductivité de GE Analytical Instruments, comprennent :

- 1 flacon d'étalon 25 µS/cm de conductivité (comme le HCl)

Tous les étalons se trouvent à température ambiante avant leur usage.


Agitez les flacons d'étalons pendant 10 à 30 secondes avant leur utilisation.

4. Définitions :


DI — Déionisé

COT — Carbone organique total

5. Procédure :

5.1 Si le capteur relève des mesures, appuyez sur le bouton .

5.2 Assurez-vous que le kit d'échantillonnage en flacon est connecté, suivant les instructions dans le *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.3 Fixez un lecteur de mémoire flash USB au port USB du capteur et ensuite appuyez sur le bouton  pour sauvegarder les configurations du système actuel, au cas où il serait nécessaire de les recharger ou de s'y reporter dans le futur.

5.4 Appuyez sur le bouton .



5.5 Appuyez sur **F1** pour sélectionner l'écran **Mode**.

5.6 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **Calibration** (Étalonnage).

5.7 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Conductivity** (Conductivité).

5.8 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **Conductivity Calibration** (Étalonnage de la conductivité).

5.9 Introduisez l'étalon 25 µS/cm dans l'orifice à flacons.

5.10 Appuyez sur **F1** pour initialiser la procédure de calibrage de la conductivité. L'échantillon est rincé par le capteur et les mesures de la solution HCl débutent.

Une fois les mesures terminées, le capteur affiche la moyenne mesurée et les valeurs ajustées de conductivité corrigées par la température pour les deux cellules et la conductivité attendue C1. Appuyez sur **F1** pour accepter l'étalonnage ou sur **F4** pour l'annuler.

Si une imprimante a été installée, CheckPoint imprimera les résultats de chaque mesure à leur finalisation.

Il n'existe pas de critère réussite/échec défini pour l'étalonnage du débit, mais GEAI recommande d'appliquer la procédure d'étalonnage si les valeurs moyennes sont comprises entre 24 et 26 µS/cm et si ETR est 0,5% ou moins.

5.11 Si vous souhaitez également vérifier l'étalonnage, procédez comme suit :

5.12 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **Calibration** (Étalonnage). (Si démarrage à partir du menu **Main** (Principal))

5.13 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Conductivity** (Conductivité). (Si démarrage à partir du menu **Cal** (Étalonnage))

5.14 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **Conductivity Calibration** (Étalonnage de la conductivité). (Si démarrage à partir du menu **Cond** (Conductivité))

5.15 Vérifiez que l'étalon 25 µS/cm se trouve dans l'orifice à flacons. Appuyez sur **F1**.

5.16 Une fois les mesures prises, consignez les valeurs dans la fiche technique. N'appliquez pas l'étalonnage.

Calculez la différence en pourcentage à l'aide de l'équation suivante :

$$\% \text{ Diff} = \frac{\text{Measured Concentration} - \text{Expected Standard Concentration}}{\text{Expected Standard Concentration}} \times 100\%$$

Les critères d'acceptation sont les suivants :

- ETR inférieur ou égal à 0,5 %
- Différence en % de ±2%

Fiche technique d'étalonnage de conductivité

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de péremption des standards _____

N° de lot du jeu de standards (facultatif) _____

Valeur	Cellule 1	Cellule 2
Att.	_____	_____
Mes.	_____	_____
ETR	_____	_____
Ajus.	_____	_____

Critères d'acceptation recommandés :

- Valeurs moyennes entre 24-26 $\mu\text{S}/\text{cm}$
- Valeurs ETR de cellule 1 et cellule 2 inférieures ou égales à 0,5%

Résultats d'étalonnage : ____ Réussite ____ Échec

Action d'étalonnage : ____ Accepté ____ Annulé

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Fiche technique de vérification de conductivité

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de péremption des standards _____

N° de lot du jeu de standards (facultatif) _____

Valeur	Cellule 1	Cellule 2
Att.	_____ (ligne 1)	_____ (ligne 2)
Mes.	_____ (ligne 3)	_____ (ligne 4)
ETR	_____	_____
Ajus.	_____	_____

Critères d'acceptation recommandés :

Calculez la différence en pourcentage à l'aide de l'équation suivante :

$$\% \text{ Diff} = \frac{\text{Measured Concentration} - \text{Expected Standard Concentration}}{\text{Expected Standard Concentration}} \times 100\%$$

$$\text{Cell1} \% \text{ Diff} = \frac{\text{_____ (line3)} - \text{_____ (line1)}}{\text{_____ (line1)}} \times 100\% = \text{_____}$$

$$\text{Cell2} \% \text{ Diff} = \frac{\text{_____ (line4)} - \text{_____ (line2)}}{\text{_____ (line2)}} \times 100\% = \text{_____}$$

Les critères d'acceptation sont les suivants :

- Valeurs ETR de cellule 1 et cellule 2 inférieures ou égales à 0,5%
- Diff de valeurs en % de cellule 1 et cellule 2 est $\pm 2\%$

Résultats de vérification : ____ Réussite ____ Échec

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Protocole de vérification et d'étalonnage de COT

1. Objectif : Réaliser l'étalonnage de COT du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

2. Compétence : Ce protocole s'applique à tous les capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne. Notez qu'un kit d'échantillonnage en flacon est nécessaire pour réaliser ce protocole.

L'étalonnage COT doit être effectué après le remplacement de la tête de la pompe. Sortez les étalons d'étalonnage COT du réfrigérateur et laissez-les se réchauffer à température ambiante (pendant 1 heure environ) avant d'effectuer la procédure d'étalonnage. Les solutions du standard doivent être acquises directement auprès de GE Analytical Instruments. L'analyste qui réalise ce protocole doit être familiarisé avec la terminologie et le fonctionnement du capteur.

3. Pièces :

3.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 Kit d'échantillonnage en flacon

3.3 **Fiche technique d'étalonnage de COT** (voir page 26)

3.4 Les étalons d'étalonnage de COT de GE Analytical Instruments, comprennent :

- 2 flacons de blanc d'étalonnage COT
- 1 flacon de 500 ppb de COT (par ex. saccharose)

Remarque : 1 ppm = 1 mg C/L, 1 ppb = 1 µg C/L


Tous les étalons se trouvent à température ambiante avant leur usage.

Agitez les flacons d'étalons pendant 10 à 30 secondes avant leur utilisation.

4. Définitions :

COT — Carbone organique total

5. Procédure :

5.1 Si le capteur relève des mesures, appuyez sur le bouton .

5.2 Assurez-vous que le kit d'échantillonnage en flacon est connecté, suivant les instructions dans le *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.3 Appuyez sur le bouton .

5.4 Appuyez sur **F1** pour sélectionner l'écran **Mode**.

5.5 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **Calibration** (Étalonnage).

5.6 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **TOC**.

5.7 Appuyez sur **F1** pour sélectionner **TOC Calibration** (Étalonnage COT).

5.8 Introduisez l'eau de réactif à blanc dans l'orifice à flacons.

5.9 Appuyez sur **F1** pour sélectionner TOC Calibration (Etalonnage COT). L'eau de réactif est introduite dans le capteur et les mesures du blanc débutent.


5.10 Lorsque vous y serez invité, retirez l'eau de réactif à blanc et introduisez l'étalon d'étalonnage de 500 ppb de saccharose dans l'orifice à flacons.

5.11 Appuyez sur **F1**.

5.12 L'étalon est envoyé dans le capteur et les mesures débutent.

5.13 Une fois les mesures prises, le capteur affiche les résultats de l'étalonnage, y compris les valeurs COT moyennes pour le blanc et l'étalon de 500 ppb de saccharose (mesuré) et la valeur attendue (500 ppb plus le blanc), ainsi que l'ETR des mesures répétées de l'étalon de saccharose 500 ppb. Appuyez sur **F1** pour accepter l'étalonnage ou sur **F4** pour l'annuler.



Utilisez le bouton  pour faire défiler l'ensemble des résultats de l'étalonnage.

Si une imprimante a été installée, CheckPoint imprimera les résultats de chaque mesure à leur finalisation.

Aucun critère de réussite/échec spécifique n'est défini pour l'étalonnage COT, mais GEAI recommande d'appliquer l'étalonnage si le COT du blanc est ≤ 60 ppb, le COT mesuré de l'étalon 500 ppb est compris entre 300-750 ppb et l'ETR des mesures répétées de l'étalon 500 ppb est $\leq 3\%$.

Si une valeur élevée de l'eau de réactif à blanc est observée, le kit d'échantillonnage en flacon est probablement contaminé. Dans ce cas, le kit doit alors être rincé avec de l'eau TOC faiblement concentrée (comme l'eau de réactif à blanc) en mode Grab (Flacon) jusqu'à l'obtention de valeurs présentant une faible concentration de COT. La procédure d'étalonnage doit alors être effectuée de nouveau.

L'étalonnage COT dépend de la température ambiante et il est recommandé d'effectuer la procédure d'étalonnage à la température de fonctionnement du capteur.

L'écart type et l'écart type relatif sont calculés comme suit :

$$\text{Standard Deviation} = \sqrt{\frac{n\sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

Σ = Somme de
 x = Chaque résultat
 n = Nombre de mesures dans un jeu (# de répétitions - # de rejets)

$$\text{Relative Standard Deviation (RSD)} = \frac{\text{Standard Deviation}}{\text{Measured TOC Concentration}} \times 100$$

5.14 Si vous souhaitez également vérifier l'étalonnage, procédez comme suit :

5.15 Appuyez sur **F4** pour ouvrir l'écran Mode.

5.16 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Grab Sample** (Prélever échantillon).

5.17 Introduisez l'eau de réactif à blanc inutilisée dans l'orifice à flacons.

5.18 Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.



5.19 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Consignez les valeurs de la moyenne et de l'ETR comme blanc.

5.20 Appuyez sur **F4** pour continuer.

5.21 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Grab Sample** (Prélever échantillon).

5.22 Introduisez l'étalon d'étalonnage de 500 ppb de saccharose dans l'orifice à flacons.

5.23 Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.

5.24 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Consignez les valeurs de la moyenne et de l'ETR comme mesuré.

5.25 Calculez la valeur attendue en ajoutant 500 ppb à la valeur moyenne de l'eau de réactif à blanc et consignez la valeur.

5.26 Calculez la différence en pourcentage à l'aide de l'équation suivante :

$$\% \text{ Diff} = \frac{\text{Measured Concentration} - \text{Expected Standard Concentration}}{\text{Expected Standard Concentration}} \times 100\% \quad \% \text{ Diff} =$$

Les critères d'acceptation sont les suivants :

- L'ETR des mesures répétées de l'étalon de 500 ppb est $\leq 3\%$.
- Différence en % de $\pm 10\%$



Fiche technique d'étalonnage COT

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de péremption des standards _____

N° de lot du jeu de standards (facultatif) _____

	Valeur
Blanc	_____
Attendu	_____
Mesuré	_____
ETR mesuré	_____
Ajusté	_____

Critères d'acceptation recommandés :

- COT du blanc est ≤ 60 ppb
- COT mesuré de l'étalon 500 ppb est compris entre 300-750 ppb
- L'ETR des mesures répétées de l'étalon de 500 ppb est $\leq 3\%$.

Résultats d'étalonnage : ___ Réussite ___ Échec

Action d'étalonnage : ___ Accepté ___ Annulé

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Fiche technique de vérification de COT

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de péremption des standards _____

N° de lot du jeu de standards (facultatif) _____

	Valeur	ETR%
Blanc	_____ (Ligne 1)	_____
Attendu	_____ (Ligne 2)	_____
Mesuré	_____ (Ligne 3)	_____

Calculez la valeur attendue en ajoutant 500 ppb à la valeur moyenne de l'eau de réactif à blanc et consignez la valeur.

$$Expected = 500 \text{ ppb} + \text{_____} (line1) = \text{_____} (line2)$$

Calculez la différence en pourcentage à l'aide de l'équation suivante :

$$\% \text{ Diff} = \frac{\text{Measured Concentration} - \text{Expected Standard Concentration}}{\text{Expected Standard Concentration}} \times 100\%$$

$$\% \text{ Diff} = \frac{\text{_____} (line3) - \text{_____} (line2)}{\text{_____} (line2)} \times 100 = \text{_____}$$

Les critères d'acceptation recommandés sont les suivants :

- L'ETR des mesures répétées de l'étalon de 500 ppb est $\leq 3\%$.
- Différence en % de $\pm 10\%$

Résultats de vérification : ____ Réussite ____ Échec

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Protocole de vérification de conformité du système (Efficacité de réponse)

1. Objectif : Réaliser un test de vérification de conformité de système du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

2. Compétence : Ce protocole s'applique à tous les capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne. Un kit d'échantillonnage en flacon est nécessaire pour réaliser ce protocole.

Les solutions du standard doivent être acquises directement auprès de GE Analytical Instruments. L'analyste qui réalise ce protocole doit être familiarisé avec la terminologie et le fonctionnement du capteur.

3. Pièces :

3.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 Kit d'échantillonnage en flacon

3.3 **Fiche technique de conformité du système** (page 41)

3.4 Les jeux d'étalons de conformité du système de GE Analytical Instruments, comprennent :

- 1 flacon d'eau du réactif— Rw
- 1 flacon de COT à 500 ppb (par ex. USP) — Rs
- 1 flacon de COT à 500 ppb (par ex. USP 1,4-Benzoquinone) — Rss

Remarque : 1 ppm = 1 mg C/L, 1 ppb = 1 µg C/L

Tous les étalons se trouvent à température ambiante avant leur usage.

Agitez les flacons d'étalons pendant 10 à 30 secondes avant leur utilisation.

4. Définitions :

DI — Déionisé

COT — Carbone organique total

5. Procédure :

5.1 Assurez-vous que le kit d'échantillonnage en flacon est connecté, suivant les instructions dans le *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.2 Si le capteur relève des mesures, appuyez sur le bouton .

5.3 Appuyez sur le bouton .

5.4 Appuyez sur **F1** pour sélectionner l'écran **Mode**.

5.5 Appuyez sur **F2** pour sélectionner Grab Sample (Prélever échantillon).



- 5.6 Placez le flacon Rw dans l'orifice à flacons.
- 5.7 Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.
- 5.8 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions et de la moyenne sur la fiche technique. Appuyez sur **F4**.
- 5.9 Retirez le flacon Rw de l'orifice à flacons, et ensuite insérez le flacon Rs dans l'orifice à flacons.
- 5.10 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Grab Sample** (Prélever échantillon). Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.
- 5.11 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions et de la moyenne sur la fiche technique. Appuyez sur **F4**.
- 5.12 Retirez le flacon Rs de l'orifice à flacons, et insérez le flacon Rss dans l'orifice à flacons.
- 5.13 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Grab Sample** (Prélever échantillon). Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.
- 5.14 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions sur la fiche technique.
- 5.15 Retirez le flacon Rss de l'orifice à flacons.
- 5.16 Le critère d'acceptation de conformité du système USP correspond à une efficacité de réponse comprise entre 85 % et 115 %.

L'efficacité de la réponse est calculée ainsi :

$$RE = \frac{(Rss - Rw)}{(Rs - Rw)} \times 100$$

La limite de la réponse est calculée ainsi :

$$\text{Response Limit} = Rs - Rw$$

- 5.17 Complétez la **fiche technique de conformité de système**.
- 5.17.1 Calculez l'efficacité de réponse et enregistrez la valeur sur la fiche technique.
- 5.17.2 Calculez la limite de réponse et enregistrez la valeur sur la fiche technique.
- 5.17.3 Cochez la case Réussite ou Échec, suivant les résultats.
- 5.18 Faites retourner le capteur en mode En ligne et reprendre le fonctionnement normal.

Fiche technique de la conformité du système

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de péremption des standards _____

N° de lot du jeu de standards (facultatif) _____

	RW	Rs (saccharose)	Rss (benzoquinone)
Rep 1	_____	_____	_____
Rep 2	_____	_____	_____
Rep 3	_____	_____	_____

COT moyen d'eau de réactif (Rw) _____ (Ligne 1)

COT moyen du standard de saccharose à 500 ppb (Rs) _____ (Ligne 2)

COT moyen du standard de benzoquinone à 500 ppb (Rss) _____ (Ligne 3)

Efficacité de la réponse _____ (Ligne 4)

Limite de réponse _____ (Ligne 5)

$$\text{Response Efficiency} = \frac{(R_{ss} - R_w)}{(R_s - R_w)} \times 100$$

$$\text{Response Limit} = R_s - R_w$$

Le critère d'acceptation de conformité du système USP correspond à une efficacité de réponse comprise entre 85 % et 115 %

_____ Réussite _____ Échec

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____





Protocoles de qualification de performance

- (Facultatif) Fiche technique et protocole de vérification de linéarité
- Fiche technique et protocole de vérification par extrapolation de limite de détection et limite de quantification

ou
- Fiche technique et protocole de vérification par mesures répétitives de limite de détection et limite de quantification



Protocole de vérification de linéarité

1. Objectif : Démontrer la linéarité du capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

2. Compétence : Cette procédure s'applique à tous les capteurs CheckPoint. Elle suppose que le capteur est calibré. Les solutions du standard doivent être acquises directement auprès de GE Analytical Instruments. Le composant du test utilisé dans le protocole est de la saccharose à des concentrations de COT de 250, 375 et 500 ppb; la linéarité peut être démontrée en utilisant d'autres composants avec des modifications mineures de ce protocole. L'analyste qui réalise ce protocole doit être familiarisé avec la terminologie et le fonctionnement du capteur. Ce protocole nécessite environ une heure pour sa réalisation.

3. Pièces :

3.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 **Fiche technique de linéarité** (voir page 32)

3.3 Les jeux d'étalons de linéarité de GE Analytical Instruments, comprennent :

- 1 flacon d'étalon de linéarité de niveau élevé (500 ppb de saccharose)
- 1 flacon d'étalon de linéarité de niveau moyen (375 ppb de saccharose)
- 1 flacon d'étalon de linéarité de niveau bas (250 ppb de saccharose)
- 1 flacon de blanc de linéarité

REMARQUE : 1 ppm = 1 mg C/L, 1 ppb = 1 µg C/L


Tous les étalons se trouvent à température ambiante avant leur usage.

4. Définitions :

COT – Carbone organique total

5. Procédure :

5.1 Assurez-vous que le kit d'échantillonnage en flacon est connecté, suivant les instructions dans le *Manuel d'utilisation* du capteur.

5.2 Si le capteur relève des mesures, appuyez sur le bouton .

5.3 Appuyez sur le bouton .

5.4 Appuyez sur **F1** pour sélectionner l'écran **Mode**.

5.5 Appuyez sur **F2** pour sélectionner **Grab Sample** (Prélever échantillon).

5.6 Placez le flacon de blanc de linéarité CheckPoint dans l'orifice à flacons.

5.7 Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.

5.8 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions et de la moyenne sur la fiche technique.



5.9 Retirez le flacon de blanc de linéarité de l'orifice à flacons. Appuyez sur **F4**. Insérez le flacon d'étalon de linéarité de niveau bas dans l'orifice à flacons.

5.10 Appuyez sur **F2** pour démarrer **Grab Sample** (Prélever échantillon). Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.

5.11 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions et de la moyenne sur la fiche technique.

5.12 Retirez le flacon d'étalon de linéarité de niveau bas de l'orifice à flacons. Appuyez sur **F4**. Insérez le flacon d'étalon de linéarité de niveau moyen dans l'orifice à flacons.

5.13 Appuyez sur **F2** pour démarrer **Grab Sample** (Prélever échantillon). Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.

5.14 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions et de la moyenne sur la fiche technique.

5.15 Retirez le flacon d'étalon de linéarité de niveau moyen de l'orifice à flacons. Appuyez sur **F4**. Insérez le flacon d'étalon de linéarité de niveau élevé dans l'orifice à flacons.

5.16 Appuyez sur **F2**. Appuyez sur **F1** pour lancer l'analyse.

5.17 L'écran de résultats s'affiche à la fin de l'analyse du flacon. Enregistrez les valeurs des trois répétitions et de la moyenne sur la fiche technique.

5.18 Retirez le flacon d'étalon de linéarité de niveau élevé de l'orifice à flacons.

5.19 Complétez la **fiche technique de linéarité**.

5.19.1 Calculez la valeur corrigée du blanc pour chaque étalon en soustrayant la valeur moyenne de blanc de la valeur moyenne de l'étalon correspondant.

5.19.2 En utilisant un programme de tableur, déterminez le coefficient de corrélation de linéarité R² des trois valeurs COT de blanc corrigé en relevant les valeurs mesurées et attendues.

$$R^2 \geq 0,96$$

où :

$$R^2 = \left(\frac{n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{[n\sum(x^2) - (\sum x)^2][n\sum(y^2) - (\sum y)^2]}} \right)^2$$

X = valeurs certifiées des standards de COT)

Y = valeurs mesurées des standards de COT (corrigées par le blanc)

Fiche technique de la linéarité

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____ Date de péremption des standards _____

N° de lot du jeu de standards (facultatif) _____

	Bland de Linéarité CheckPoint	Étalon de niveau bas de linéarité CheckPoint	Étalon de niveau moyen de linéarité CheckPoint	Étalon de niveau élevé de linéarité CheckPoint
Rep 1	_____	_____	_____	_____
Rep 2	_____	_____	_____	_____
Rep 3	_____	_____	_____	_____
Moyenne	_____	_____	_____	_____
Copier la valeur de blanc moyen ici	_____	_____	_____	_____
Soustraire la valeur du blanc de la moyenne	_____	_____	_____	_____
Valeur du blanc corrigé	_____	_____	_____	_____

$$R^2 = \left(\frac{n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y)}{\sqrt{[n\sum(x^2) - (\sum x)^2][n\sum(y^2) - (\sum y)^2]}} \right)^2$$

X = valeurs certifiées des standards de COT)

Y = valeurs mesurées des standards de COT (corrigées par le blanc)

Coefficient de corrélation ($R^2 \geq 0,96$)

____ Réussite ____ Échec

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Protocole de vérification de limite de détection et limite de quantification en utilisant l'extrapolation

1. Objectif : Démontrer comment déterminer la limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) pour le capteur de COT CheckPoint Portable/En ligne.

2. Compétence : Ce protocole expose une procédure qui détermine le LOD et le LOQ des capteurs de COT CheckPoint Portable/En ligne. GE Analytical Instruments a déterminé le LOD de l'instrument à 0,21 ppb; cette procédure ne prétend pas vérifier cette valeur. Le LOD a été évalué en utilisant de l'eau de haute qualité sous des conditions contrôlées. Pour de plus amples informations de ce LOD, contactez GE Analytical Instruments. Cette procédure s'applique aux capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne. Elle suppose que l'instrument est calibré. L'analyste qui réalise ce protocole doit être familiarisé avec la terminologie et le fonctionnement du capteur.

Le LOD est utilisé pour évaluer lorsqu'un signal est un résultat de bruit d'instrument ou une réponse d'analyte. L'utilisateur final peut valider ces valeurs ; cependant un système d'eau de qualité extrêmement haute est nécessaire.

La limite de quantification est la valeur établie par l'utilisateur pour fournir des conseils sur les données significatives et non significatives. Ceci inclut toutes les conditions sur le site de l'utilisateur final. Lorsque le capteur de COT CheckPoint Portable/En ligne peut être capable de mesurer la concentration de carbone à de très faibles concentrations, il est important de documenter ce niveau dont le résultat COT est significatif.

Les données obtenues dépassant le LOD indiquent la présence de carbone d'analyte, mais si elles se trouvent en-dessous du LOD, elles font partie de la variabilité de la méthode d'échantillonnage, contamination, et autre. Les valeurs dans cette plage sont considérées comme suspects. Les données qui dépassent le LOQ déterminé par l'utilisateur sont considérées valables.

GE Analytical Instruments a réalisé cette évaluation en se basant sur deux méthodologies. **Le protocole présenté ici utilise la Méthode Une pour la détermination du LOD et LOQ**

La méthode une implique mesurer un jeu d'étalons de linéarité CheckPoint et projeter l'écart type de ces mesures à travers l'ordonnée y- pour permettre une estimation de l'écart type à zéro analyte.

La méthode deux implique prendre des mesures répétées d'une eau ultrapure et calculer l'écart type des mesures. Le LOD est estimé comme étant trois fois l'écart type de ce résultat.

3. Pièces :

3.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 **Fiche technique LOD/LOQ en utilisant l'extrapolation** (voir page 36)

3.2 Une **fiche technique de linéarité CheckPoint** complète

3.3 Un programme informatique ou de calcul équipé de la possibilité de réaliser une analyse statistique.

4. Définitions :

DI — Déionisé

LOD — Limite de détection, une valeur basée sur l'évaluation de la sensibilité maximum d'un instrument analytique. Cette valeur fournit des conseils sur ce qui est un bruit et ce qui est un signal réel. Cette valeur est typiquement établie comme étant trois fois l'écart type du niveau de bruit de l'instrument.

LOQ — Limite de quantification, le point auquel les mesures deviennent quantitativement significatives (défini comme étant dix fois l'écart type).

COT — Carbone organique total

5. Procédure :

5.1 Obtenez les données de linéarité.

5.1.1 Si le protocole de linéarité **a été exécuté** avant le début de ce protocole, obtenez une copie des données de linéarité.

5.1.2 Si le protocole de linéarité **n'a pas été exécuté** avant ce protocole, réalisez le **protocole de vérification de linéarité** avant de calculer le LOD et le LOQ. Dès que le **protocole de vérification de linéarité** a été effectué et la fiche technique associée complétée, obtenez une copie des données.

5.2 En utilisant les données enregistrées sur la **fiche technique de vérification de linéarité de COT**, complétez l'information suivante sur la **fiche technique de la méthode d'extrapolation LOD/LOQ**.

5.2.1 Enregistrez la valeur de COT mesurée de l'étalon de linéarité de niveau bas (250 ppb COT comme de la saccharose) pour chaque Rep #.

5.2.2 Enregistrez la valeur de COT mesurée de l'étalon de linéarité de niveau moyen (375 ppb COT comme de la saccharose) pour chaque Rep #.

5.2.3 Enregistrez la valeur de COT mesurée de l'étalon de linéarité de niveau élevé (500 ppb COT comme de la saccharose) pour chaque Rep #.

5.2.4 Enregistrez les valeurs moyennes COT mesurées (pas le blanc corrigé) pour chaque étalon.

5.2.5 Calculez et enregistrez l'écart type des valeurs COT mesurées pour chaque étalon.

5.3 Calculez la limite de détection et limite de quantification à l'aide de l'extrapolation de données de linéarité.

5.3.1 Représentez la concentration moyenne de COT (pas le blanc corrigé) sur l'axe x et l'écart type sur l'axe y.

5.3.2 En utilisant un programme de tableur standard, déterminez l'ordonnée y de la ligne de régression linéaire par la méthode des moindres carrés à travers les trois points.

5.3.3 L'ordonnée y représente l'écart type à la concentration zéro d'analyte (ordonnée $y = |s_0|$). Enregistrez l'ordonnée y à la ligne 1.



5.3.4 Calculez la limite de détection sur la ligne 2 ($LOD = |y\text{-intercept}| \times 3$).

5.3.5 Calculez la limite de détection sur la ligne 3 ($LOD = |y\text{-intercept}| \times 10$).

5.4 Références.

5.4.1 Taylor, John K., *Quality Assurance of Chemical Measurements*, Lewis Publishers
impression de CRC Press (1987).

5.4.2 American Chemical Society Committee Report, "Guidelines for Data Acquisition and Data
Quality Evaluation in Environmental Chemistry," *Anal. Chem.* 52:2242 (1980).

5.4.3 ASTM D5997 "On-line Monitoring of Total Carbon, Inorganic Carbon in Water by
Ultraviolet, Persulfate Oxidation and Membrane Conductivity Detection."



Fiche technique LOD/LOQ en utilisant l'extrapolation

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____

Complétez le tableau suivant avec les données (Rep 1, Rep 2, Rep 3, et moyenne) de la fiche technique de linéarité.

	Étalon de niveau bas de linéarité CheckPoint	Étalon de niveau moyen de linéarité CheckPoint	Étalon de niveau élevé de linéarité CheckPoint
Rep 1	_____	_____	_____
Rep 2	_____	_____	_____
Rep 3	_____	_____	_____
Moyenne	_____	_____	_____
Ecart type	_____	_____	_____

Ordonnée y de la ligne de régression (écart type à zéro, |s₀|) : _____ (Ligne 1)

Limite de détection: _____ x 3 = _____ (line 2)
|y-intercept| LOD

Limite de quantification: _____ x 10 = _____ (line 3)
|y-intercept| LOQ

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____

Protocole de vérification de limite de détection et limite de quantification en utilisant des mesures en ligne répétitives

1. Objectif : Démontrer comment déterminer la limite de détection (LOD) et la limite de quantification (LOQ) pour le capteur de COT CheckPoint Portable/En ligne.

2. Compétence : Ce protocole expose une procédure qui détermine le LOD et le LOQ des capteurs de COT CheckPoint Portable/En ligne. GE Analytical Instruments a déterminé le LOD de l'instrument à 0,21 ppb; cette procédure ne prétend pas vérifier cette valeur. Le LOD a été évalué en utilisant de l'eau de haute qualité sous des conditions contrôlées. Pour de plus amples informations de ce LOD, contactez GE Analytical Instruments. Cette procédure s'applique aux capteurs COT CheckPoint Portable/En ligne. Elle suppose que l'instrument est calibré. L'analyste qui réalise ce protocole doit être familiarisé avec la terminologie et le fonctionnement du capteur.

Le LOD est utilisé pour évaluer lorsqu'un signal est un résultat de bruit d'instrument ou une réponse d'analyte. L'utilisateur final peut valider ces valeurs ; cependant un système d'eau de qualité extrêmement haute est nécessaire.

La limite de quantification est la valeur établie par l'utilisateur pour fournir des conseils sur les données significatives et non significatives. Ceci inclut toutes les conditions sur le site de l'utilisateur final. Lorsque le capteur de COT CheckPoint Portable/En ligne peut être capable de mesurer la concentration de carbone à de très faibles concentrations, il est important de documenter ce niveau dont le résultat COT est significatif.

Les données obtenues dépassant le LOD indiquent la présence de carbone d'analyte, mais si elles se trouvent en-dessous du LOD, elles font partie de la variabilité de la méthode d'échantillonnage, contamination, et autre. Les valeurs dans cette plage sont considérées comme suspects. Les données qui dépassent le LOQ déterminé par l'utilisateur sont considérées valables.

GE Analytical Instruments a réalisé cette évaluation en se basant sur deux méthodologies. **Le protocole présenté ici utilise la Méthode Deux pour la détermination du LOD et LOQ**

La méthode une implique mesurer un jeu d'étalons de linéarité CheckPoint et projeter l'écart type de ces mesures à travers l'ordonnée y- pour permettre une estimation de l'écart type à zéro analyte.

La méthode deux implique prendre des mesures répétées d'une eau ultrapure et calculer l'écart type des mesures. Le LOD est estimé comme étant trois fois l'écart type de ce résultat.

3. Pièces :

3.1 Capteur COT CheckPoint Portable/En ligne

3.2 **Fiche technique de méthode répétitive LOD/LOQ** (voir page 55)

3.3 Un programme informatique ou une calculatrice équipée de la possibilité de réaliser une analyse statistique.

4. Définitions :


DI — Déionisé

LOD — Limite de détection, une valeur basée sur l'évaluation de la sensibilité maximum d'un instrument analytique. Cette valeur fournit des conseils sur ce qui est un bruit et ce qui est un signal réel. Cette valeur est typiquement établie comme étant trois fois l'écart type du niveau de bruit de l'instrument.

LOQ — Limite de quantification, le point auquel les mesures deviennent quantitativement significatives (défini comme étant dix fois l'écart type).

COT — Carbone organique total

5. Procédure :

5.1 Si le capteur relève des mesures, appuyez sur le bouton .


5.2 (Facultatif) Si **Password protection** est activé, connectez-vous au capteur avec le nom d'utilisateur et le mot de passe.


5.3 Installez le capteur en ligne en suivant les instructions du chapitre « Installation » du *Manuel d'utilisation* du capteur.

Assurez-vous que vous utilisez le même débit en sortie pour la mesure COT si vous pensez travailler en fonctionnement normal.

5.4 Appuyez sur le bouton  pour démarrer l'analyse.

5.5 Réalisez l'analyse.

5.6 Après que le capteur ait relevé 30 mesures, appuyez sur le bouton .

5.7 Appuyez sur le bouton .

Le capteur affiche l'heure, le résultat COT, et la conductivité pour les quatre dernières mesures COT recueillies.

5.8 Enregistrez les neuf dernières mesures de COT sur la **fiche technique de la méthode répétitive LOD/LOQ**.

5.9 Effectuez les calculs et enregistrez les valeurs sur la **fiche technique de la méthode répétitive LOD/LOQ**.

5.9.1 Calculez la moyenne de COT (ligne 1) et l'écart type (ligne2) des 9 dernières valeurs de COT.

5.9.2 Calculez la limite de détection sur la ligne 3 ($LOD = Standard\ Deviation \times 3$).

5.9.3 Calculez la limite de quantification sur la ligne 4 ($LOQ = Standard\ Deviation \times 10$).



6. Références :

6.1 Taylor, John K., *Quality Assurance of Chemical Measurements*, Lewis Publishers impression de CRC Press (1987).

6.2 American Chemical Society Committee Report, "Guidelines for Data Acquisition and Data Quality Evaluation in Environmental Chemistry," *Anal. Chem.* 52:2242 (1980).

6.3 ASTM D5997 "On-line Monitoring of Total Carbon, Inorganic Carbon in Water by Ultraviolet, Persulfate Oxidation and Membrane Conductivity Detection."

Fiche technique de méthode répétitive LOD/LOQ

Nom Société _____ Date _____

Nom Analyste _____ Version Firmware _____

Numéro de série du capteur _____

Neuf dernières lectures COT :

Numéro de lecture	Lecture COT	Numéro de lecture	Lecture COT	Numéro de lecture	Lecture COT
1		4		7	
2		5		8	
3		6		9	

Moyenne de COT des 9 lectures _____ (Ligne 1)

Écart type des 9 lectures : _____ (Ligne 2)

$$\text{Standard Deviation} = \sqrt{\frac{n \sum x^2 - (\sum x)^2}{n(n-1)}}$$

Σ = Somme de
x = Chaque résultat
n = Nombre de mesures dans un jeu (# de répétitions - # de rejets)

Limite de détection: _____ x 3 = _____ (line 3)
(Standard Deviation)

Limite de quantification: _____ x 10 = _____ (line 4)
(Standard Deviation)

Réalisé par : _____ Date : _____

Revu par : _____ Date : _____

Vérifié par : _____ Date : _____